

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-012521  
(43)Date of publication of application : 14.01.1997

(51)Int.CI. C07C233/36  
C07C231/02  
C07C233/38  
C07C235/10  
C11D 1/04  
C11D 1/90  
// C07B 61/00

(21)Application number : 07-159210  
(22)Date of filing : 26.06.1995

(71)Applicant : **KAO CORP**  
(72)Inventor : **KUBO MAKOTO**  
                  **SAKAI TAKANARI**

**(54) PRODUCTION OF LIGHT COLORED AMIDOAMINO ACID OR BETAINE**

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To efficiently obtain the subject compound by a simple operation by adding a specific inorganic reducing agent at an early stage of a reaction or in the middle of the reaction, extremely excellent in hue, useful as a surfactant, etc.

CONSTITUTION: In reacting (A) an amino group-containing fatty acid derivative with (B) a monohaloalkylcarboxylic acid or its salt, an inorganic reducing agent selected from (C) a borohydride of the formula  $M1(BH4)m$  ( $M1$  is an alkali metal, an alkaline earth metal, aluminum, a quaternary ammonium or an amine;  $m$  is a valence of  $M1$  and is 1-4) and (D) a hydride of the formula  $M2Hn$  ( $M2$  is an alkali metal, an alkaline earth metal, titanium or zirconium;  $n$  is a valence of  $M2$  and is 1-4) (preferably  $NaBH4$  or  $LiBH4$ ) is added at an early stage of a reaction or in the middle of the reaction. The reaction product is preferably a reaction product obtained by reacting a fatty acid of the formula  $R1COOR2$  ( $R1$  is a 7-23C alkyl, alkenyl, etc.;  $R2$  is H, a 1-3C alkyl, etc.) or its ester with a polyamine.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 22.09.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3299862

[Date of registration] 19.04.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-12521

(43)公開日 平成9年(1997)1月14日

(51)Int.Cl <sup>1</sup>	識別記号	序内整理番号	P I	技術表示箇所
C 07 C 233/36		9547-4H	C 07 C 233/36	
231/02			231/02	
233/38		9547-4H	233/38	
235/10		9547-4H	235/10	
C 11 D 1/04			C 11 D 1/04	
			審査請求 未請求 請求項の数18 O.L (全 6 頁) 最終頁に続く	

(21)出願番号	特願平7-159210	(71)出願人 000000918 花王株式会社 京都府中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22)出願日	平成7年(1995)6月26日	(72)発明者 久保 誠 和歌山県和歌山市渡1334 花王株式会社研究所内
		(72)発明者 坂井 隆也 和歌山県和歌山市渡1334 花王株式会社研究所内
		(74)代理人 弁理士 古谷 騰 (外3名)

(54)【発明の名称】 淡色化アミドアミノ酸又はペタインの製造法

## (57)【要約】

【目的】 十分に淡色化された色相の良好なアミドアミノ酸又はペタインを製造する方法の提供。

【構成】 アミノ基含有脂肪酸誘導体と、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩とを反応させてアミドアミノ酸又はペタインを製造するに際し、特定のボロハイドライド又はハイドライドから選ばれる無機還元剤を反応初期又は反応途中に添加する。

(2)

特開平9-12521

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アミノ基含有脂肪酸誘導体と、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩とを反応させてアミドアミノ酸又はペタインを製造するに際し、一般式(1)  $R^m(NH_2)_n$ 。  
(1)

(式中、 $R^m$ はアルカリ金属、アルカリ土類金属、アルミニウム、4級アンモニウム又はアミンを示し、 $n$ は $R^m$ の価数を示す1～4の数である。)で表されるボロハイドライド、又は一般式(2)

$R^mH$ 。  
(2)

(式中、 $R^m$ はアルカリ金属、アルカリ土類金属、チタン又はジルコニウムを示し、 $n$ は $R^m$ の価数を示す1～4の数である。)で表されるハイドライドから選ばれる無機還元剤を反応初期又は反応途中に添加することを特徴とする淡色化アミドアミノ酸又はペタインの製造法。

【請求項2】 アミノ基含有脂肪酸誘導体が、脂肪酸又はそのエステルと、ポリアミンとを反応させて得られたものである請求項1記載の製造法。

【請求項3】 脂肪酸又はそのエステルが、一般式(3)  $R^1COOR^1$ 。  
(3)

(式中、 $R^1$ は炭素数7～23の直鎖又は分岐のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、 $R^2$ はH又は炭素数1～3のアルキル基又はグリセライトから一つのアシルオキシ基を除いた残基を示す。)で表される高級脂肪酸又はそのエステルである請求項2記載の製造法。

【請求項4】 ポリアミンが、アルキレンポリアミン、ヒドロキシアルキルポリアミン又はN-ヒドロキシ低級アルキルアルカノールアミンである請求項2又は3記載の製造法。

【請求項5】 ポリアミンが、一般式(4)

$H_2NC_2H_{2a-1}NH_2$ 。  
(4)

(式中、 $X$ は炭素数2～4のアルキロール基を示す。)で表されるジアミンである請求項4記載の製造法。

【請求項6】 ポリアミンが、一般式(5)

【化1】

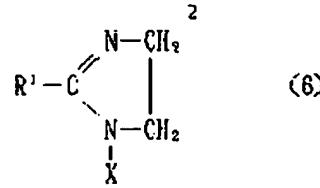
$H_2NC_2H_{2a-1}N<R^3$ 。  
(5)

(式中、 $R^3$ 及び $R^4$ は同一又は異なって、炭素数1～3のアルキル基を示し、 $a$ は2～3の数を示す。)で表されるジアミンである請求項4記載の製造法。

【請求項7】 アミノ基含有脂肪酸誘導体が、イミダゾリン化合物又はオキサゾリン化合物である請求項1～5のいずれか一項に記載の製造法。

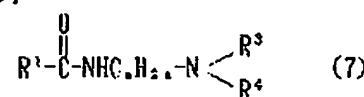
【請求項8】 アミノ基含有脂肪酸誘導体が、一般式(6)

【化2】



(式中、 $R^1$ 及び $X$ は前記の意味を示す。)で表されるイミダゾリン化合物である請求項7記載の製造法。

【請求項9】 アミノ基含有脂肪酸誘導体が、一般式(7)



(式中、 $R^1$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 及び $a$ は前記の意味を示す。)で表されるアミドアミンである請求項1～4又は6のいずれか一項に記載の製造法。

【請求項10】 モノハロアルキルカルボン酸又はその塩が、一般式(8)

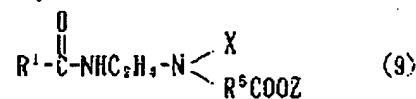
$YR^1COOZ$ 。  
(8)

(式中、 $Y$ はハログン原子を示し、 $R^1$ は炭素数1～4の直鎖又は分岐のアルキレン基を示し、 $Z$ はH又はアルカリ金属を示す。)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩である請求項1～9のいずれか一項に記載の製造法。

【請求項11】 一般式(8)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩がモノクロロ酢酸又はその塩である請求項10記載の製造法。

30 【請求項12】 上記一般式(6)で表されるイミダゾリン化合物を一般式(8)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させて一般式(9)で表されるアミドアミノ酸を得ることを特徴とする請求項1～8又は10～11のいずれか一項に記載の製造法。

【化4】



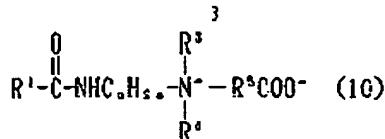
40 (式中、 $R^1$ 、 $R^5$ 、 $X$ 及び $Z$ は前記の意味を示す。)

【請求項13】 上記一般式(7)で表されるアミドアミンを一般式(8)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させて一般式(10)で表されるペタインを得ることを特徴とする請求項1～7又は9～11のいずれか一項に記載の製造法。

【化5】

(3)

特開平9-12521



(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup>は前記の意味を示す。)

【請求項14】 無機還元剤が一般式(1)で表されるボロハイドライドである請求項1～13のいずれか一項に記載の製造法。

【請求項15】 一般式(1)におけるR<sup>1</sup>がアルカリ金属又はアルカリ土類金属であり、mが1又は2である請求項14記載の製造法。

【請求項16】 無機還元剤が、NaBH<sub>4</sub>又はLiBH<sub>4</sub>である請求項1～15のいずれか一項に記載の製造法。

【請求項17】 無機還元剤をアミノ基含有脂肪酸誘導体に対して0.001～5重量%添加する請求項1～16のいずれか一項に記載の製造法。

【請求項18】 反応系内のpH8以上で無機還元剤を添加する請求項1～17のいずれか一項に記載の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、イミダゾリン化合物、アミドアミン等のアミノ基含有脂肪酸誘導体を用いたアミドアミン酸又はベタインの製造法に関する。さらに詳しくは、アミノ基含有脂肪酸誘導体をモノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させてアミドアミノ酸又はベタインを製造するに際し、特定の無機還元剤を反応初期又は反応途中に添加することにより、色相の良好なアミドアミノ酸又はベタインを製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 アミノ基含有脂肪酸誘導体、例えばイミダゾリン環構造を有し、一位をアルキロール基で置換された化合物（以後イミダゾリン化合物と記す）はイミダゾリン型界面活性剤（アミドアミノ酸型界面活性剤ともいわれている）の有用な中間体として知られており、またアミドアミンはベタイン型界面活性剤の有用な中間体として知られている。事実、市販されているシャンプーの一部にはこれらの界面活性剤が使用されている。特に近年、洗浄剤等に用いられる界面活性剤は、界面活性能の他に生分解性、安全性、皮膚に対して低刺激である等、諸特性に優れたものが要望されており、これらの要件を満たす界面活性剤としてイミダゾリン型界面活性剤やベタイン型界面活性剤がある。イミダゾリン型界面活性剤やベタイン型界面活性剤は優れた起泡力、洗浄力に加え、眼や皮膚に対する刺激が極めて低い特徴があり、近年、低刺激性シャンプー等の主要成分としてその使用量が増加している。

【0003】 この様なイミダゾリン型界面活性剤、ベタイン型界面活性剤に要求される品質の一つに色相が挙げ

られる。イミダゾリン化合物、アミドアミン等のアミノ基含有脂肪酸誘導体は脂肪酸又はそのエステルとポリアミンとを脱水縮合させることにより製造できる。一般的にこの縮合反応は、高級脂肪酸又はそのエステルとポリアミンとを反応温度80～200℃、常圧もしくは減圧下で反応させることにより進行する。この様な反応においては、一般に原料中に存在する僅かな量の不純物が熱的にあるいは微量の空気の存在下に着色物質へ転化し著しい着色が起こり、最終製品であるイミダゾリン型界面活性剤やベタイン型界面活性剤の色調に大きく影響を及ぼす。

【0004】 これらの界面活性剤の中間体であるアミノ基含有脂肪酸誘導体を淡色化する試みも行われており、例えば米国特許第3,468,904号明細書には、アミノ基含有脂肪酸誘導体を製造する際にソディウムボロハイドライド(NaBH<sub>4</sub>)等のアルカリ金属のボロハイドライドを使用することが開示されているが、なほ、淡色化が不十分であり、その改善が望まれている。従って、本発明の目的は、アミノ基含有脂肪酸誘導体を用いて色相の良好な

20 アミドアミノ酸又はベタインを製造する方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは上記の問題点を改善し、色相の良好な高品質のアミドアミノ酸及びベタインを簡単な操作で効率的に製造する方法を発明した結果、アミノ基含有脂肪酸誘導体と、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩とを反応させる際に、特定の無機還元剤を反応初期又は反応途中に添加することにより、極めて色相が良好なアミドアミノ酸又はベタインが製造できることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、アミノ基含有脂肪酸誘導体と、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩とを反応させてアミドアミノ酸又はベタインを製造するに際し、一般式(1)

M<sup>n</sup>(BH<sub>4</sub>)<sub>m</sub> (1)

(式中、M<sup>n</sup>はアルカリ金属、アルカリ土類金属、アルミニウム、4級アンモニウム又はアミンを示し、mはM<sup>n</sup>の値を示す1～4の数である。)で表されるボロハイドライド、又は一般式(2)

M<sup>n</sup>H<sub>m</sub> (2)

(式中、M<sup>n</sup>はアルカリ金属、アルカリ土類金属、チタン又はジルコニウムを示し、nはM<sup>n</sup>の値を示す1～4の数である。)で表されるハイドライドから選ばれる無機還元剤を反応初期又は反応途中に添加することを特徴とする淡色化アミドアミノ酸又はベタインの製造法を提供するものである。

【0006】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明に用いられるアミノ基含有脂肪酸誘導体は、脂肪酸又はそのエステルと、ポリアミンとを反応させることにより得られる。脂肪酸又はそのエステルとしては、一般式(3)

(4)

特開平9-12521

5



(式中、R<sup>1</sup>は炭素数7~23の直鎖又は分岐のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、R<sup>1</sup>はH又は炭素数1~3のアルキル基又はグリセライドから一つのアシルオキシ基を除いた残基を示す。)で表される高級脂肪酸又はそのエステルが挙げられる。具体的には、カブリル酸、カブリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ヘペニン酸、エルカ酸、12-ヒドロキシステアリン酸や、ヤシ油脂肪酸、棉油脂肪酸、とうもろこし油脂肪酸、牛脂脂肪酸、ババス油脂肪酸、バーム核油脂肪酸、大豆油脂肪酸、アマニ油脂肪酸、ヒマシ油脂肪酸、オリーブ油脂肪酸、鯨油脂肪酸等の植物油又は動物油脂肪酸又はこれらのメチルエステル、エチルエステル、グリセライドや、これらの混合物が例示される。これらのの中では、R<sup>1</sup>が、H又は炭素数1~3のアルキル基である高級脂肪酸又はその低級アルキルエステルが好ましく、特に好ましいものは、R<sup>1</sup>が炭素数が9~17の直鎖アルキル基で、R<sup>1</sup>がH又はOHであるものである。

【0007】また、本発明で用いられるポリアミンとしては、アルキレンポリアミン、ヒドロキシアルキルポリアミン、N-ヒドロキシ低級アルキルアルカノールアミン等が挙げられる。アルキレンポリアミンとしては、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、ジメチルアミノプロビルアミン、ジメチルアミノエチルアミン、ジエチルアミノプロビルアミン、ジエチルアミノエチルアミン等が挙げられ、ヒドロキシアルキルポリアミンとしては、アミノエチルエタノールアミン、アミノエチルプロパンオールアミン、アミノエチルブタノールアミン、N-β-ヒドロキシプロビルプロピレンジアミン、ヒドロキシエチルジエチレントリアミン、ヒドロキシエチルトリエチレンテトラミン等が挙げられ、N-ヒドロキシ低級アルキルアルカノールアミンとしては、N-β-ヒドロキシエチルエタノールアミン等が挙げられる。

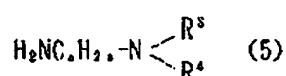
【0008】これらのの中では、一般式(4)又は(5)で表されるジアミンが好ましい。



(式中、Xは炭素数2~4のアルキロール基を示す。)

【0009】

【化6】



【0010】(式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は同一又は異なって、炭素数1~3のアルキル基を示し、aは2~3の数を示す。)

一般式(4)で表されるジアミンとしてはアミノエチルエタノールアミン(H<sub>2</sub>NC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>NHC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)が、一般式(5)で表されるジアミンとしてはジメチルアミノプロビルアミン

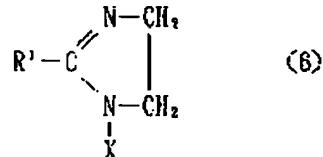
50

が特に好ましい。

【0011】本発明において、アミノ基含有脂肪酸誘導体としては、脂肪酸又はそのエステルと、ヒドロキシアルキルポリアミン又はヒドロキシアルキルアルキレンポリアミンとの反応により得られるイミダゾリン化合物、脂肪酸又はそのエステルと、N-β-ヒドロキシ低級アルキルアルカノールアミンとの反応により得られるオキサゾリン化合物、脂肪酸又はそのエステルと、ジアルキルアミノアルキレンアミンとの反応により得られるアミドアミン等が挙げられる。好ましいものは、一般式(6)

【0012】

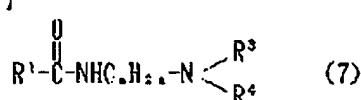
【化7】



【0013】(式中、R<sup>1</sup>及びXは前記の意味を示す。)20で表されるイミダゾリン化合物、あるいは一般式(7)

【0014】

【化8】

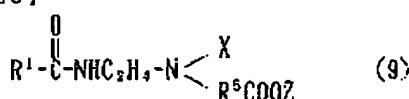


【0015】(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>及びaは前記の意味を示す。)で表されるアミドアミンである。

【0016】本発明においては、上記のようにして得られたアミノ基含有脂肪酸誘導体を、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させてアミドアミノ酸又はペタインを得る。本発明の方法によると、例えば、一般式(6)で表されるイミダゾリン化合物を一般式(8)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させて一般式(9)

【0017】

【化9】



【0018】(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、X及びZは前記の意味を示す。)で表されるアミドアミノ酸を得ることができ、一般式(7)で表されるアミドアミンを一般式(8)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させて一般式(10)

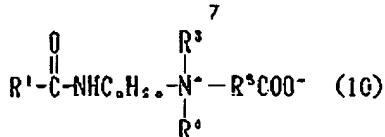
【0019】

【化10】

(5)

特開平9-12521

8



【0020】(式中、R'、R'、R'、R'及びR'は前記の意味を示す。)で表されるベタインを得ることができる。

【0021】本発明において、アミノ基含有脂肪酸誘導体と、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩との反応は、従来公知の方法で行うことができる。例えば、アミノ基含有脂肪酸誘導体がイミダゾリン化合物の場合、イミダゾリンをアルカリ水溶液で開環を行い、次にモノハロアルキルカルボン酸又はその塩を反応させる。反応はpH8~11の範囲に保つことが好ましく、反応温度は50~90℃の範囲が好ましい。反応は常圧でも加圧下で行っても良い。また、アミノ基含有脂肪酸誘導体が上記のアミドアミンの場合、アミドアミンとモノハロアルキルカルボン酸又はその塩とを、ベタイン化が終了するまではpHを8~10に保ち、その後は残存するモノハロアルキルカルボン酸塩の加水分解を促進するためにpH11.5~13の範囲に保って反応させることが好ましく、反応温度は50~100℃の範囲が好ましい。反応は常圧でも加圧下で行っても良い。

【0022】ここで用いられる一般式(8)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩としては、モノクロロ酢酸、モノブロモ酢酸、モノクロロブロピオン酸、モノブロモブロピオン酸又はそれらのナトリウム塩、カリウム塩等が挙げられるが、モノクロロ酢酸又はその塩が特に好ましい。アミノ基含有脂肪酸誘導体に対するモノハロアルキルカルボン酸又はその塩の量は、1~3モル倍が好ましく、1~1.15モル倍が更に好ましい。

【0023】本発明においては、アミノ基含有脂肪酸誘導体をモノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させる際に、上記のような無機還元剤を反応初期又は反応途中に添加する。本発明に用いられる無機還元剤の中で、一般式(1)で表されるボロハイドライドとしては、NaBH<sub>4</sub>、LiBH<sub>4</sub>、KBH<sub>4</sub>、Ca(BH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>、Ba(BH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>、Mg(BH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>、Sr(BH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>、Li<sub>1</sub>Al(BH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>、テトラメチルアンモニウムボロハイドライド、テトラエチルアンモニウムボロハイドライド、テトラブロビルアンモニウムボロハイドライド、テトライソプロビルアンモニウムボロハイドライド、トリエチルアミンボロハイドライド、トリイソプロビルアミンボロハイドライド、トリブチルアミンボロハイドライド等が挙げられ、また、一般式(2)で表されるハイドライドとしては、NaH、KH、LiH、CaH、TiH、ZrH等が挙げられる。これらの無機還元剤としては一般式(1)で表されるボロハイドライドが好ましく、特に一般式(1)におけるR'がアルカリ金属又はアルカリ土類金属であり、mが1又は2であるボロハイドライドが好ましく、更に好

ましくはNaBH<sub>4</sub>、LiBH<sub>4</sub>、更に特に好ましくはNaBH<sub>4</sub>である。

【0024】本発明の製造方法において、高品質のアミドアミン又はベタインを得るために、無機還元剤の添加時期としては、無機還元剤が酸性下では分解しやすいため、アミノ基含有脂肪酸誘導体と、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩とを反応容器に仕込んだ後、水酸化ナトリウム等のアルカリでpHを8以上、好ましくは10以上にした後、無機還元剤を添加することが好ましい。本発明において無機還元剤で処理を行う温度や時間等は特に限定されないが、例えば処理温度は、り~120℃、好ましくは30~110℃の範囲であり、処理時間は、1分から10時間であり、処理を行っている間の圧力は、常圧が好ましい。本発明に使用される無機還元剤の添加量は、アミノ基含有脂肪酸誘導体に対して0.001~5重量%が好ましく、0.01~0.3重量%が更に好ましい。

【0025】上記のような本発明の方法により、著しく色相が良好なアミドアミン及びベタインが得られる。

【0026】

20 【実施例】次に本発明を実施例により詳細に説明するが、本発明はこれらによって限定されるものではない。

【0027】実施例1

<アミド化>攪拌機、温度計、還流冷却器、及び圧力計を備えた1リットル容5ツロフラスコに、ラウリン酸200g(分子量200、1モル)を仕込み、窒素ガスをキャビラリー管より100cc/Hrで吹き込みながら180℃へ昇温した。その後、ジメチルアミノプロビルアミン102g(分子量102、1モル)を3時間かけて滴下した。この条件下で2時間保持し、酸価(AV値)を測定して10以下であることを確認した後に窒素ガスの吹き込みを止めて、予め接続しておいた真空ポンプによる系内圧を50ccまで低下し、残存のジメチルアミノプロビルアミンを除去した後に冷却した。この反応混合物の色相を比色管にて測定した結果、色相はガードナー4であった。

【0028】<西性化>上記反応混合物の全量と、イオン交換水798gを攪拌機、温度計、滴下ロート、冷却管を備えた2リットル容4ツロフラスコに仕込んだ後に、反応温度を80℃へ昇温した。温度が到達したら、モノクロロ酢酸ナトリウム(MW116.5)の粉末品116.5gを仕込み、40%NaOHを滴下して系内のpHを12に調整した。その後、NaBH<sub>4</sub>を0.68g仕込み8時間熱成を行った後に冷却し、30%のラウロイルアミノプロビルジメチルグリシンベタインを含む1140gの水溶液を得た。この生成物の色相を比色管にて測定した結果、色相はAPHA70であった。

【0029】実施例2

<イミダゾリン化>攪拌機、温度計、還流冷却器、及び圧力計を備えた1リットル容4ツロフラスコに、ラウリン酸200g(分子量200、1モル)と、アミノエチルエタノールアミン109.2g(分子量104、1.05モル、以下

(5)

特開平9-12521

9

AEAAと略記)とを仕込んだ。遅速冷却器に80°Cの温水を通してながら、上記混合物を攪拌し140°Cへ加熱した。その後反応圧力を1時間かけて400 mmHgに設定し、2時間反応させアミド化を行った。次に圧力を1.5時間かけて200 mmHgまで下げ、この条件で1時間熟成を行った。更に圧力を約1.5時間かけて10mmHgまで下げ、この条件で1時間反応を行い過剰のAEAAを除去して1-ヒドロキシルエチル-2-ウンデシルイミダゾリンを得た。この間、生成水及びAEAAの蒸気はドライアイス/メタノール冷却トラップに捕集した。反応終了物の色相を比色管にて測定した結果、色相はガードナー3であった。

【0030】<酸性化>攪拌機、冷却管、滴下ロート、温度計を備えた2リットル容4ツロフラスコに、上記で得られた1-ヒドロキシルエチル-2-ウンデシルイミダゾリン268 g (1モル)、イオン交換水90g及び水酸化ナトリウム2 gを入れ、攪拌しながら80°Cまで加熱し、そのままの温度で約2時間攪拌を続けイミダゾリンの開環を行った。次に、別に調製したモノクロロ酢酸ナトリウム140 g (1.2モル)とイオン交換水600 gの溶液を仕込み、次に溶液の温度を70~80°Cに保ちながら、40%水酸化ナトリウム120 gを3時間かけて滴下した後、\*

\* 2時間熟成を行い、40%水酸化ナトリウムで系内pHを11に調整し、その後、NaBH<sub>4</sub>を0.7 g仕込み、6時間熟成を行った後に冷却した。反応終了物は、高速液体クロマトグラフィーを用いて分析したところ、N-ラウロイル-N'-ヒドロキシエチル-N'-ナトリウムカルボキシメチルエチレンジアミンを主に含む約30%の水溶液であることを確認した。この生成物の色相を比色管にて測定した結果、色相はAPHA 80であった。

【0031】比較例1

NaBH<sub>4</sub>を使用しない以外は実施例1と同様の反応条件で行って、30%のラウロイルアミノプロビルジメチルグリシンペタインを含む水溶液を得た。この生成物の色相を比色管にて測定した結果、色相はAPHA 200であった。

【0032】比較例2

NaBH<sub>4</sub>を使用しない以外は実施例2と同様の反応条件で行って、30%のN-ラウロイル-N'-ヒドロキシルエチル-N'-ナトリウムカルボキシメチルエチレンジアミンを主に含む水溶液を得た。この生成物の色相を比色管にて測定した結果、色相はAPHA 300~400であった。

## フロントページの続き

(51)Int.CI.*	識別記号	戸内整理番号	F I	技術表示箇所
C 11 D 1/90			C 11 D 1/90	
// C 07 B 61/00	3 0 0		C 07 B 61/00	3 0 0

特開平9-12521

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成11年(1999)8月24日

【公開番号】特開平9-12521

【公開日】平成9年(1997)1月14日

【年造号数】公開特許公報9-126

【出願番号】特願平7-159210

【国際特許分類第6版】

C07C 233/36

231/02

233/38

235/10

C11D 1/04

1/90

// C07B 51/00 300

【F I】

C07C 233/36

231/02

233/38

235/10

C11D 1/04

1/90

C07B 51/00 300

【手続補正書】

【提出日】平成10年9月22日

【手続補正1】

【補正対象物類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アミノ基含有脂肪酸誘導体と、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩とを反応させてアミドアミノ酸又はペタインを製造するに際し、一般式(1)由り。  
(1)

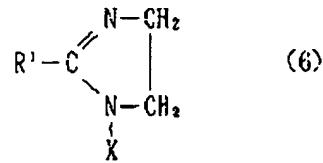
(式中、R<sup>1</sup>はアルカリ金属、アルカリ土類金属、アルミニウム、4級アンモニウム又はアミンを示し、nはR<sup>1</sup>の価数を示す1~4の数である。)で表されるポロハイドライド、又は一般式(2)

R<sup>1</sup>H<sub>n</sub> (2)

(式中、R<sup>1</sup>はアルカリ金属、アルカリ土類金属、チタン又はジルコニウムを示し、nはR<sup>1</sup>の価数を示す1~4の数である。)で表されるハイドライドから選ばれる無機還元剤を反応初期又は反応途中に添加することを特徴とする淡色化アミドアミノ酸又はペタインの製造法。

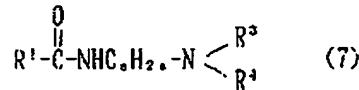
【請求項2】 アミノ基含有脂肪酸誘導体が、一般式(6)

【化1】



(式中、R<sup>1</sup>は炭素数7~23の直鎖又は分岐のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、Xは炭素数2~4のアルキロール基を示す。)で表されるイミダゾリン化合物、又は一般式(7)

【化2】



(式中、R<sup>1</sup>は前記の意味を示し、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は同一又は異なって、炭素数1~3のアルキル基を示し、aは2~3の数を示す。)で表されるアミドアミンである請求項1記載の製造法。

【請求項3】 モノハロアルキルカルボン酸又はその塩が、一般式(8)

YR'COOZ (8)

特開平9-12521

(式中、Yはハロゲン原子を示し、R'は炭素数1～4の直鎖又は分岐のアルキレン基を示し、ZはH又はアルカリ金属を示す。)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩である請求項1又は2記載の製造法。

【請求項4】 無機還元剤をアミノ基含有脂肪酸誘導体に対して0.001～5重量%添加する請求項1～3のいずれか一項に記載の製造法。

【請求項5】 反応系内のpH8以上で無機還元剤を添加する請求項1～4のいずれか一項に記載の製造法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正内容】

【0016】本発明においては、上記のようにして得られたアミノ基含有脂肪酸誘導体を、モノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させてアミドアミノ酸又はペタインを得る。本発明の方法によると、例えば、一般式(6)で表されるイミダゾリン化合物を一般式(8)

$YR'COOZ$  (8)

(式中、Yはハロゲン原子を示し、R'は炭素数1～4の直鎖又は分岐のアルキレン基を示し、ZはH又はアルカリ金属を示す。)で表されるモノハロアルキルカルボン酸又はその塩と反応させて一般式(9)